

# **MackPesquisa**

## **Relatório Final de Atividades**

### **PROJETO**

**“AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TERMO-MECÂNICAS E  
ESTRUTURAIS DE COMPÓSITOS DE BORRACHA NATURAL DE  
DIFERENTES CLONES REFORÇADOS COM FIBRA DE CURAUÁ”**

**Equipe de Pesquisa:**

**Professores:**

Dr. Nilson Casimiro Pereira

Dra. Leila Figueiredo de Miranda

Dr. Mauro César Terence

**Alunos:** Rafael Alonso C. Santos e Francisco S. Xavier

## Resumo

### Resumo

Considerando a importância da fibra de curauá, da família da *Ananás erectifolius* como reforço para polímeros, em função de suas excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade, de fonte renovável e biodegradável, e também o desenvolvimento de pesquisas com clones de borracha natural por vários centros de pesquisa, para obtenção de novas espécies visando a produção e melhoria da qualidade do produto agrícola pós-colheita, este trabalho desenvolveu, processou e avaliou as propriedades termomecânicas e estruturais de compósitos formados por borracha natural de diferentes clones, ou seja, NR IAC 328, NR RRIM 600, e NR comercial GEB-1, e fibra de curauá, para possíveis aplicações em setores que necessitem de produtos que apresentem flexibilidade e boas propriedades mecânicas e térmicas. Os resultados foram caracterizados, ensaios mecânicos de resistência à tração, rasgamento, deformação permanente à compressão (Compression Set), dureza Shore A, Análise Dinâmico-mecânica (DMA), Análise Reológica para determinação do tempo de vulcanização, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Teste de imersão em fluidos. O trabalho mostrou que é possível a utilização de Fibras de Curauá como reforço em compostos de borracha natural, com alterações das propriedades quando se utiliza a citada fibra.

**Palavras-chave:** Borracha natural (NR), Compósitos, Clones, Propriedades Termomecânicas, Fibra de Curauá.

## Materiais e Métodos

### Materiais:

#### Materiais utilizados no desenvolvimento do Projeto:

Clone da borracha natural RRIM 600, e clone da borracha natural IAC 328, ambas fornecidas pela EMBRAPA- São Carlos, e a borracha comercial GEB-1, fornecida por Borrachas Quirino Ltda. Fibra natural de curauá, fornecida pela EMBRAPA-São Carlos, e Solução 10% de NaOH, para tratamento superficial das fibras por mercerização.

**Observação:** Foram escolhidos os clones mencionados por serem plantados em larga escala em seringais paulistas, na estação experimental de Votuporanga.

## Metodologia:

Fórmula-padrão aplicada aos diferentes tipos de compostos é apresentada na tabela 1.

**Tabela-1: Fórmula-padrão dos diferentes compostos de borracha**

<b>COMPONENTE</b>	<b>CONCENTRAÇÃO (phr)</b>
<i>borracha</i>	100
<i>Ácido esteárico</i>	2,5
<i>Óxido de zinco</i>	3,5
<i>Fibra de curauá</i>	5,0 e 10,0
<i>Negro de fumo</i>	25,0
<i>Antioxidante</i>	2,0
<i>MBTS*</i>	1,0
<i>TMTD**</i>	0,5
<i>Enxofre</i>	2,5

\* Dissulfeto de mercaptobenzotiazol; \*\* dissulfeto de tetrametil

Os aditivos dos compostos foram misturados em misturador aberto (calandra) à temperatura de 60°C.

Foram realizados ensaios reológicos em reômetro MDR nas amostras dos compostos calandrados, para determinação do tempo de vulcanização. O tempo de vulcanização estimado pelos ensaios ficou em torno de 3 minutos.

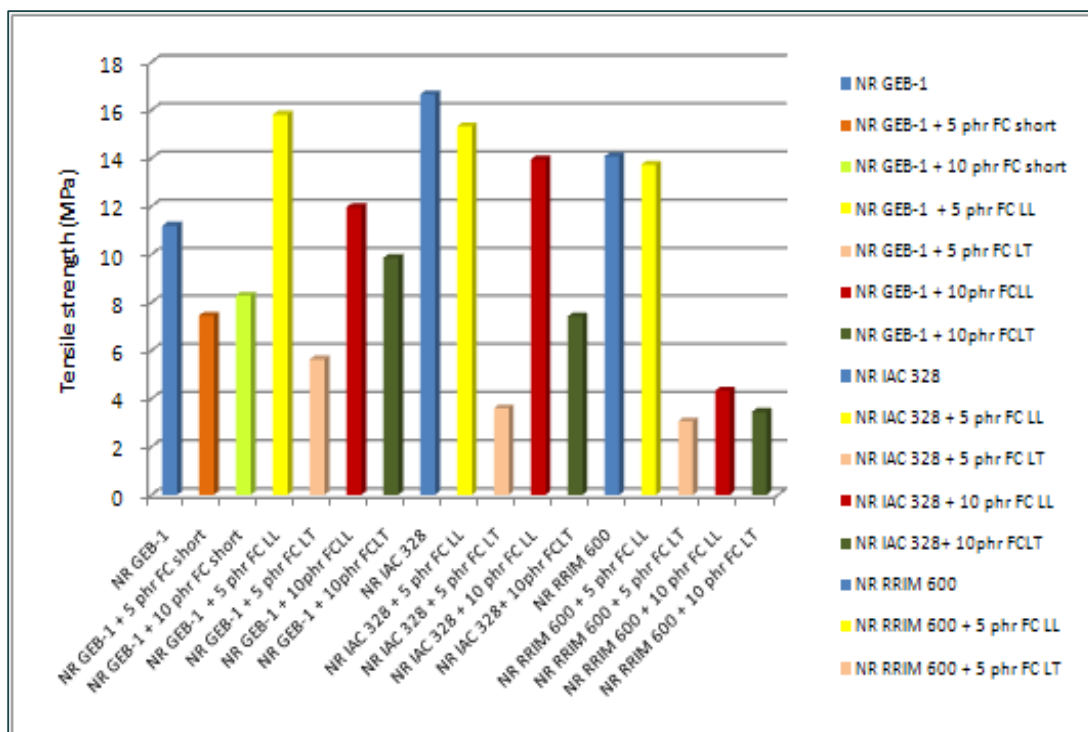
Após a determinação do tempo de vulcanização, e para a vulcanização final, os compostos foram processados em prensa hidráulica com aquecimento, na temperatura de 150°C, e pressão de 100kg/cm<sup>2</sup>. Foram obtidas placas para corpos de prova de tração e rasgamento, e corpos de prova cilíndricos para ensaios de deformação permanente por compressão, e resistência ao óleo.

## Resultados e Discussão

<b>SÍMBOLO</b>	<b>TIPO DE BORRACHA + CONCENTRAÇÃO DE FIBRAS DE CURAUÁ</b>
<b>NR GEB-1</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1
<b>NR GEB-1 + 5phr FC short</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 5% em peso de Fibra curta de Curauá
<b>NR GEB-1 + 10phr FC short</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 10% em peso de Fibra curta de Curauá
<b>NR GEB-1 + 5phr FC LL</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 5% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR GEB-1 + 5phr FC LT</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 5% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção transversal
<b>NR GEB-1 + 10phr FC LL</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 5% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR GEB-1 + 10phr FC LT</b>	Borracha Natural Comercial GEB-1 + 10% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção transversal
<b>NR IAC 328</b>	Clone da Borracha Natural IAC 328
<b>NR IAC 328 + 5phr FC LL</b>	Clone da Borracha Natural IAC 328 + 5% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR IAC 328 + 5phr FC LT</b>	Clone da Borracha Natural IAC 328 + 5% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção transversal
<b>NR IAC 328 + 10phr FC LL</b>	Clone da Borracha Natural IAC 328 + 10% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR IAC 328 + 10phr FC LT</b>	Clone da Borracha Natural IAC 328 + 10% em peso de Fibra longa de Curauá, corpos de prova, direção transversal
<b>NR RRIM 600</b>	Clone de Borracha Natural RRIM 600
<b>NR RRIM 600 + 5phr FC LL</b>	Clone de Borracha Natural RRIM 600 +5% em peso de Fibra de Curauá longa, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR RRIM 600 + 5phr FC LT</b>	Clone de Borracha Natural RRIM 600 +5% em peso de Fibra de Curauá longa, corpos de prova, direção transversal
<b>NR RRIM 600 + 10phr FC LL</b>	Clone de Borracha Natural RRIM 600 +10% em peso de Fibra de Curauá longa, corpos de prova, direção longitudinal
<b>NR RRIM 600 + 10phr FC LT</b>	Clone de Borracha Natural RRIM 600 +10% em peso de Fibra de Curauá longa, corpos de prova, direção transversal

## Ensaio de resistência à tração

A resistência à tração foi determinada pela norma ASTM D-638 e realizada na Máquina de Ensaio QTest QT/100 (célula de carga 10kN). O ensaio de tração pode ser usado para avaliar diversas propriedades dos materiais. O gráfico 1 apresenta os resultados dos ensaios em tração para os diferentes compósitos obtidos de borracha natural com fibras de curauá.



**Gráfico 1:** resultados do ensaios de tração dos compósito obtidos

Para corpos de prova retirados no sentido longitudinal das fibras, e comparando-se a resistência à tração na ruptura, para os diferentes tipos de borracha, sem a adição da fibra de curauá, observou-se que o clone de borracha natural IAC 328 apresentou o melhor resultado, ou seja, uma resistência 48,8% maior que o composto da borracha natural comercial GEB-1, e 24,42% maior que o composto do clone da borracha natural RRIM 600.

A adição de 5phr de fibras longas de curauá alterou significativamente a resistência à tração na ruptura do composto de borracha comercial GEB-1, quando comparado ao composto sem fibras de curauá. A elevação foi de 40%.

Com a adição de 5phr de fibras longas de curauá nos compostos de clones de borracha IAC 328 e RRIM 600 ocorreram reduções na resistência à tração na ruptura, o que ficou demonstrado que a adição das fibras não apresentou eficácia de reforço.

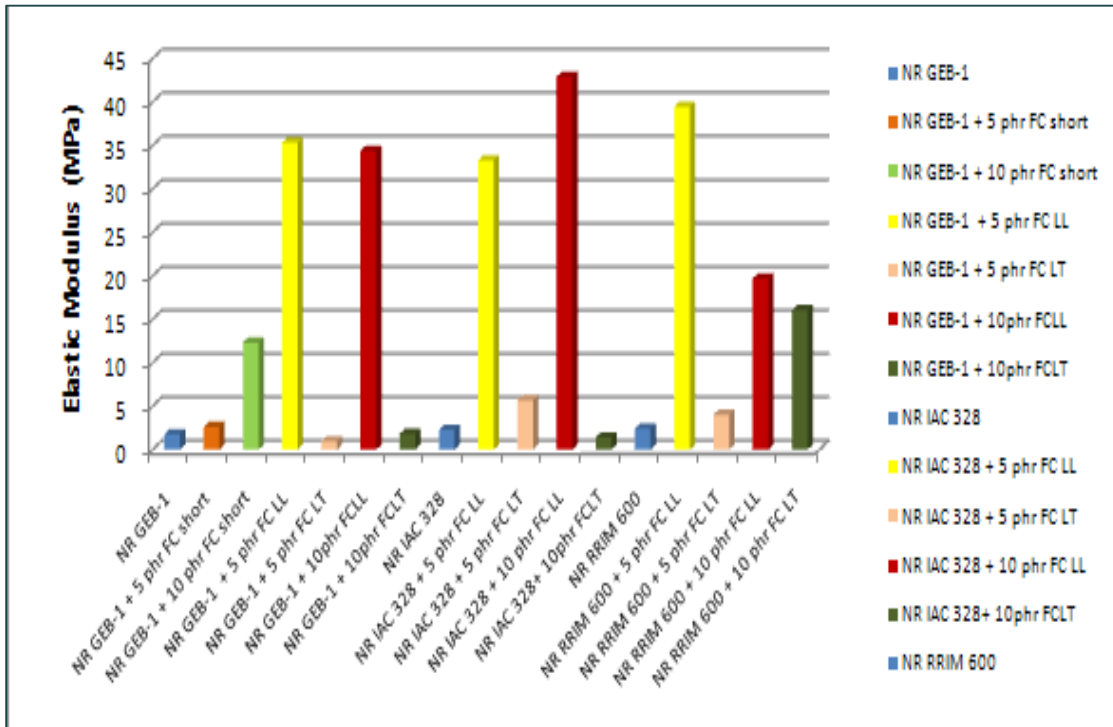
Comparando-se a resistência à tração na ruptura para os diferentes tipos de borracha, com a adição de 5phr de fibras longas de curauá observou-se que o composto de borracha comercial GEB-1 apresentou os melhores resultados, ou seja, 14,28% mais elevada que o composto do clone de borracha natural RRIM 600, e 2,7% mais elevada do que o composto de clone IAC 328.

Com a adição de 10phr de fibras longas de curauá ocorreu elevação da resistência à tração na ruptura para os compostos da borracha comercial GEB-1, e do clone da borracha natural IAC 328, porém menor do que quando se utilizou a concentração de 5phr de fibra de curauá, o que confirma a influência da concentração de fibra de curauá no reforço dos compostos. Para o composto do clone de borracha natural RRIM 60 observou-se uma queda nos resultados. Acredita-se que nos compostos do clone RRIM 600 não houve uma boa adesão das fibras na matriz de borracha.

Para corpos de prova com concentração de 5phr de fibras longas de curauá, e retirados no sentido transversal das fibras, o composto de borracha comercial GEB-1 apresentou o melhor resultado de resistência à tração na ruptura, ou seja, 61,7% maior, em relação ao composto do clone IAC 328, e 91,0% em relação ao composto do clone RRIM. Para a concentração de 10phr de fibras, o composto de borracha comercial GEB-1 também apresentou resistência à tração ruptura mais elevada, ou seja, 29,87% mais elevada em relação ao composto do clone IAC 328, e 169,54% mais elevada que o composto do clone RRIM 600.

Os ensaios mostraram que os sentidos e concentrações das fibras influenciam nos resultados dos ensaios de tração. Corpos de prova com fibras no sentido longitudinal de aplicação de tensão apresentaram maior resistência à tração na ruptura.

O gráfico 2 apresenta os resultados dos módulos de elasticidade dos compósitos obtidos.



**Gráfico 2:** Resultados dos módulos de elasticidade dos compósitos obtidos.

Entre os compostos sem a adição de fibras de curauá, os compostos de clone RRIM 600, e IAC 328 apresentaram módulos muito próximos, e aproximadamente 8% maior em relação ao composto de borracha comercial GEB-1.

Comparando-se os compostos com concentração de 5phr de fibras de curauá, e retirados no sentido longitudinal, o que apresentou resultado de módulo mais elevado foi o composto do clone RRIM 600, ou seja, aproximadamente 14,28% maior que o composto de borracha comercial GEB-1, e o composto do clone IAC 328.

Comparando-se os compostos com concentração de 10phr de fibras de curauá, e corpos de prova com fibras no sentido longitudinal, o composto do clone IAC 328 apresentou módulo de elasticidade 25% mais elevado que o composto da borracha comercial GEB-1.



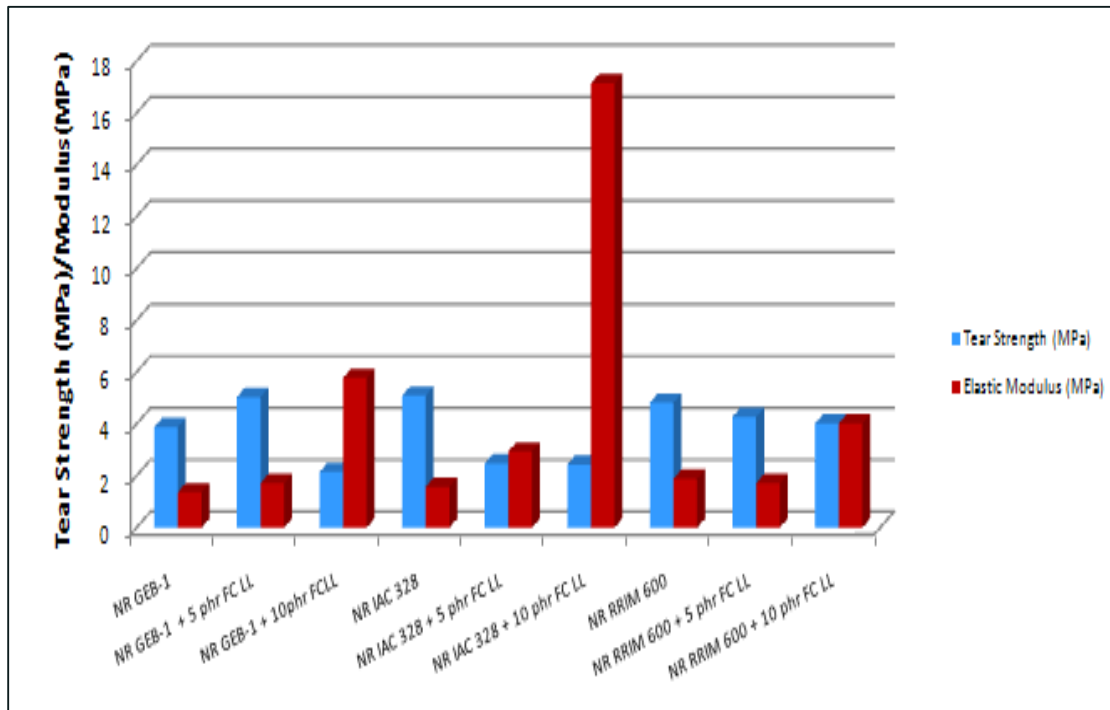
O composto do clone RRIM 600 apresentou módulo de elasticidade, aproximadamente, 49,3% menor, atribuindo-se essa diferença à baixa adesividade da fibra na matriz de borracha.

Comparando-se os compostos com concentração de 10phr de fibras de curauá, e corpos de prova com fibras no sentido transversal, o composto do clone RRIM 600 apresentou melhor resultado.

Comparando-se os compostos com concentração de 5phr de fibras de curauá, e corpos de prova com fibras no sentido transversal, o composto do clone IAC 328 apresentou módulo de elasticidade 50% maior elevado que o composto do clone RRIM 600. Comparativamente, para essa concentração de fibras, e corpos de prova no sentido transversal, o composto de borracha natural GEB-1 não apresentou valores significativos de módulo de elasticidade.

De modo geral, pode-se dizer que o aumento da concentração da fibra de reforço, aumenta a rigidez do composto.

O gráfico 3 apresenta os resultados dos ensaios de rasgamento dos compósitos obtidos.



**Gráfico 3:** resultados dos ensaios de rasgamento dos compósitos obtidos.

Comparando-se os ensaios de rasgamento nos compostos sem a adição de fibra de curauá, o composto que apresentou melhor desempenho foi o composto do clone IAC 328 com resistência ao rasgamento 15% superior ao composto de borracha comercial GEB-1, e 4% superior ao composto do clone RRIM 600.

Com a adição de 5phr de fibras longas de curauá, e corpos de prova retirada no sentido longitudinal, observou-se que o composto da borracha comercial GEB-1 apresentou melhor desempenho, em relação aos compostos dos clones RRIM 600, e IAC 328. O composto do clone RRIM 600 apresentou uma resistência ao rasgamento, 200% superior ao composto do clone IAC 328. Acredita-se que a distribuição irregular das fibras na matriz borracha tenha contribuído para essa grande diferença.

Pode-se concluir que a elevação da concentração de fibras longas, de 5phr para 10phr, e corpos de prova retirados no sentido longitudinal, aumentou a resistência ao rasgamento dos compostos estudados.

O composto do clone de borracha IAC 328, com 10phr de fibras de curauá, e corpos de prova retirados no sentido longitudinal apresentou uma forte discrepância de resultado de módulo de elasticidade, a partir do ensaio de resistência ao rasgamento. Acredita-se que esse resultado se deve a uma irregular concentração de fibras, o que tornou o composto com elevada rigidez.

### **Ensaio de Deformação Permanente à Compressão (Método B)**

A tabela 2 apresenta os resultados dos ensaios de deformação permanente à compressão dos compostos de borracha obtidos nesse Projeto, de acordo com a norma ASTM D 395:

**Tabela 2:** Resultados dos ensaios de deformação permanente à compressão

<b>Composto</b>	<b>Deformação Permanente (%)</b>
<b>NR IAC 328</b>	51,72 ± 9,79
<b>NR IAC 328 + FC 5phr</b>	62,53 ± 3,57
<b>NR IAC 328 + FC 10phr</b>	66,83 ± 4,29
<b>NR RRIM 600</b>	47,70 ± 1,26
<b>NR RRIM 600 + FC 5phr</b>	59,57 ± 1,09
<b>NR RRIM 600 + FC 10phr</b>	70,89 ± 2,45

Observou-se que com a adição e aumento da concentração das fibras nos compostos, os valores da deformação permanente também aumentaram. Os resultados confirmaram a baixa adesão fibra/borracha, provocando lacunas internas nos corpos de prova, após vulcanização.

### **Teste de imersão em óleo (ASTM D 471)**

O teste foi realizado, utilizando-se o óleo ASTM nº3, em estufa a 100°C, por um período de 70 horas. Foi medida a variação em volume dos compostos de borracha, e os resultados estão apresentados na tabela 3.

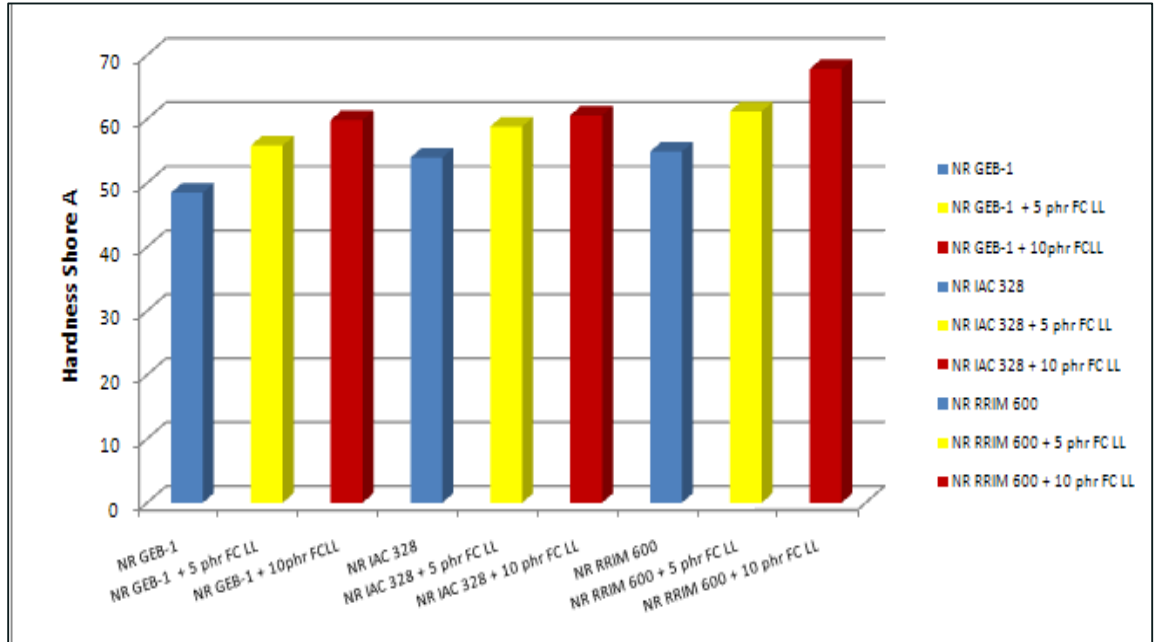
**Tabela 3** – Resultados dos testes de imersão em óleo para os compostos obtidos.

<b>Composto</b>	<b>Varição em volume (%)</b>
<b>NR IAC 328</b>	78,98
<b>NR IAC 328 + FC 5phr</b>	126,83
<b>NR IAC 328 + FC 10phr</b>	101,22
<b>NR RRIM 600</b>	89,96
<b>NR RRIM 600 + FC 5phr</b>	93,85
<b>NR RRIM 600 + FC 10phr</b>	116,38

De modo geral, os testes mostraram que o aumento da variação em volume nos compostos acompanhou o aumento da concentração de fibras nos compostos. Assim, pode-se dizer que as fibras contribuíram para o inchamento por óleo, nos compostos.

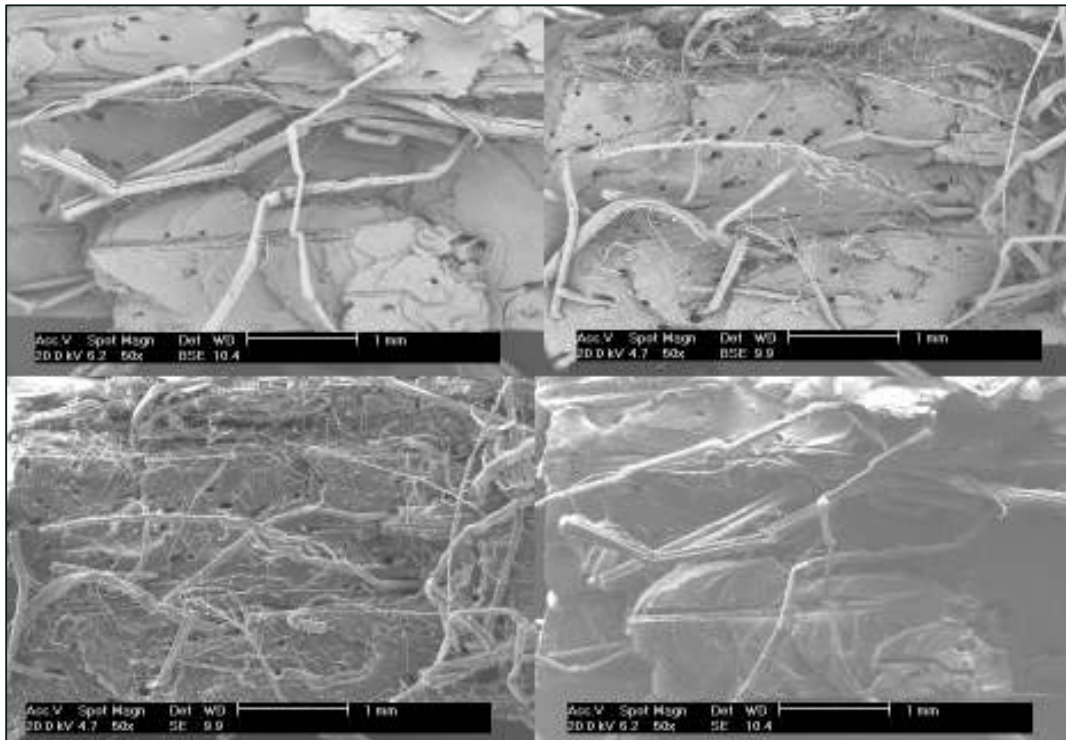
O gráfico 4 apresenta os resultados dos ensaios de dureza dos compósitos obtidos.

**Gráfico 4:** resultados dos ensaios de dureza dos compósitos obtidos.



Os resultados dos ensaios de dureza mostraram que a dureza aumenta com o aumento da concentração de fibras de curauá. Em relação aos outros compostos estudados, os compostos do clone de borracha RRIM 600, com concentrações de 5phr e 10phr apresentaram os resultados mais elevados.

A figura 1, apresenta as microscopias eletrônicas para compósitos com 5 e 10phr de fibras de curauá.



**Figura 1:** Microscopia eletrônica dos compósitos com 5 e 10phr de fibras de curauá.

As microscopias eletrônicas de varredura nos compostos mostraram que fibras de curauá não apresentaram boa adesividade para as diferentes matrizes de borracha pesquisadas neste Projeto.

### **Análise Dinâmico-mecânica (DMA)**

Por análise dinâmico-mecânica, obteve-se as T<sub>g</sub> (temperatura de transição vítrea) dos compostos de borracha, as quais estão relacionadas com a relação entre o módulo de perda e o de armazenamento, ou seja,  $\tan \delta$ . Alguns resultados estão apresentados na tabela 4.

**Tabela 4** – Valores de Tg para as diferentes borrachas utilizadas

<b>Borracha</b>	<b>Tg (°C)</b>
<b>NR GEB-1</b>	-42,0
<b>NR IAC 328</b>	-41,6
<b>NR IAC 328 + FC 5phr</b>	-42,0
<b>NR RRIM 600 + FC 5phr</b>	-48,6

De modo geral, pode-se dizer que a presença das fibras nos compostos não altera a temperatura de transição vítrea.

### **Conclusões**

O trabalho demonstrou que é possível a aplicação da Fibra de Curauá como reforço em matriz elastomérica.

Os testes mecânicos mostraram que os compostos com maior concentração de fibras apresentaram maior rigidez.

O trabalho mostrou também que as fibras orientadas apresentaram melhores resistências à tração na ruptura e ao rasgamento.

As microscopias eletrônicas de varredura nos compostos mostraram que as fibras de curauá não apresentaram boa adesividade para as diferentes matrizes de borracha pesquisadas, concluindo-se que o tratamento por mercerização das fibras não promoveram adesividade da mesma às matrizes elastoméricas.

Por falta de corpos de prova, não foi possível uma melhor conclusão para Tg por DMA, para os compostos do clone RRIM 600. O trabalho será continuado para melhor conclusão desse parâmetro.

Sugere-se para futuros trabalhos, a pesquisa de um eficiente agente de acoplamento fibra de curauá/matriz elastomérica, o que levará a produtos com propriedades mecânicas melhoradas.

Houve dificuldade na incorporação das fibras na matriz elastomérica, sendo possível a incorporação de no máximo 10phr de fibras.

## Referências Bibliográficas

**Biasotto, E. M., Mendes, L. C.**, “Introdução a Polímeros”, São Paulo, p.58 e 80, 2001.

**Ereno, D.**, “Folhas secas de curauá têm amplo uso, de peças para carros até roupas e medicamentos”, São Paulo, Pesquisa FAPESP, Ed. 104, p.1, 2004.

**Gonçalves, P. de S.; Bortoleto, N. ; S. Rosana; Furtado, E. L.; Bataglia, O. C.; Ortolani, A. A.; Júnior, G. G.**, “Desempenho de clones de seringueira de origem amazônica no planalto do Estado de São Paulo”, Pesquisa Agropecuária brasileira, Brasília, v. 36, n.12, 2001.

**Gonçalves, P. de S.**, “Melhoramento genético da seringueira (*Hevea SSP.*) para o Estado de São Paulo”. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 35p., 2002.

**Gonçalves, P. de S.; Cardoso, M.; Boaventura, M. M.; Colombo, C. A.; Ortolani, A. A.**, “Clones de Hévea: Influência dos fatores ambientais na produção e recomendação para o plantio”, Campinas: Instituto Agronômico, 32p., 1992.



**Gonçalves, P. de S.; Aguiar, A. T. da E.; Gouvêa, L. R. L.**, “Expressão Fenotípica de Clones de seringueira na região Noroeste do Estado de São Paulo”, *Bragantia*, Campinas, v. 65, n. 3, p. 389-398, 2006.

**Pereira, N. C.**, “Compósito polipropileno-fibras de sisal: preparação, desempenho mecânico e caracterização estrutural”, São Carlos, Tese de doutorado, p. 31-32, UFSCar, 1999.

**Moreno, R. M. B.; Ferreira, M.; Gonçalves, P. de S.; Mattoso, L. H. C.**, “Technological Properties of Látex and Natural Rubber of *Hevea brasiliensis* Clones”, *Sci. Agric.*, Piracicaba, v.62, n.2, p.122-126, 2005.

**Mijovic, J.**, “Polymer News”, n.14, p.177-186, 1989.

**Wathenberger, F. T.; Weston, N.**, “Natural Fibers Plastics and Composites”, Norwell, Massachusetts, p.211-212, 216-217, 270, 277, 2004.

**Whorthy, W.**, “Chemical & Eng. News”, p.7-13, 1987.

#### **Agradecimentos:**

Ao Fundo Mackenzie de Pesquisa – Mack Pesquisa, pela bolsa concedida ao aluno Rafael Alonso C. Santos.

Aos técnicos dos Laboratórios da UPM Maria Liuba L. Crespo, Luís Henrique Silveira e Abner Cabral Neto pelo apoio técnico prestado.

